

(11)Publication number : 61-078827
(43)Date of publication of application : 22.04.1986

C08G 63/16

(71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD

(72)Inventor : MIZUMOTO SEIJI
HORI KAWA TAKESHI

(57)Abstract:

CONSTITUTION: As a glycol component of a polyester, 2-methyl-1,3-propanediol (hereinafter abbreviated as MPG) is contained. A suitable amount of a glycol other than MPG may be used as a glycol component and an example of this glycol is 1,3-butylene glycol. This polyester is represented by general formula I or II (wherein G is a residue of MPG, D is a residue of a dibasic acid, L is a residue of a monobasic acid and A is a residue of a monoalcohol). As the dibasic acid in the formulae, a substituted aliphatic one, aromatic one, etc., can be used alone or as a mixture. As the monobasic acid or monoalcohol as a chain terminator, about 6W8 C saturated aliphatic ones can be used.

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

③ 日本国特許庁(JP)

④ 特許出願公開

⑤ 公開特許公報(A)

昭61-78827

⑥ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑦ 公開 昭和61年(1986)4月22日

C 08 G 63/16

6537-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑧ 発明の名称 ポリエステル系可塑剤

⑨ 特 願 昭59-202181

⑩ 出 願 昭59(1984)9月27日

⑪ 発 明 者 水 元 清 治 姫路市網干区新在家940番地

⑫ 発 明 者 堀 河 武 姫路市余部区上余部500番地

⑬ 出 願 人 ダイセル化学工業株式会社 堺市鉄砲町1番地

明 細 書

1 発明の名称

ポリエステル系可塑剤

2 特許請求の範囲

ポリエステルのグリコール成分として2-メチル-1,3-プロパンジオール(以下単にM P Gと略称する)を含有するポリエステル系可塑剤。

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は新規なポリエステル系可塑剤に関する。

(従来技術)

可塑剤はそれ自身では剛硬な高分子化合物に添加して柔軟性、可塑性、加工性、耐寒性などを与え、使用目的に適合させるために用いられる。このうちポリエステル系可塑剤は他の可塑剤に比べて耐久性(耐油性、耐熱性)等に優れている反面、その分子量の大きさに起因すると考えられる、可塑化効率の低さ

と低温柔軟性の乏しさが欠点となっている。

そこで本発明者等はこれらの欠点を解決すべく鋭意研究の結果ポリエステル系可塑剤のグリコール成分として2-メチル-1,3-プロパンジオール(以下単にM P Gと略称する)を用いることにより、特に耐久性に優れ、可塑化効率、低温柔軟性に関しても従来のポリエステル系可塑剤以上の性能を有するものを見出し本発明を完成した。

(発明の構成及び効果)

本発明におけるポリエステルは次の一般式(1)又は(2)で示される。



(1)

(2)

但し、式中GはM P Gの残基、Dは二価基の残基、Aは一価アルコールの残基を表わす。尚、本発明ではそのポリエステル中によしつかえない限りM P Gに他のグリコールを併用してもよく、このようなグリコールとしては例えば1,2-プロピレン

ナル用等と併用することもある。尚、本発明のM P G含有ポリエステルは可塑剤に限らず腐蝕剤、増粘剤などの分野にも適用可能である。

(実施例)

次に実施例、比較例及び試験例に依り本発明をより詳細に説明するが本発明はこれらに限定されない。尚、以上の実施例及び比較例における部は全て重量部を承す。

実施例 1

アジピン酸146部、M P G 87部及び反応触媒としてジブチル錫キルセイド0.5部を反応容器に入れ窒素ガス気流中攪拌下加熱し生成する水を連続的に除去しながら6時間を要して180℃まで昇温した。ついで約10 mmHgに減圧し加熱を続けて酸価を十分に下げた。常圧にちどし2-エチルヘキサノール45部、トルエン35部を加え180℃で加熱を続け生成する水をトルエンと共に沸かして連続的に除去した。次い

までその温度に保った。次いで210℃に昇温し減圧して酸価を低下させると共に、最高0.3 mmHgに減圧して過剰のカルボン酸及び低沸点成分を除去した後100℃に冷却して冷却しポリエステル系可塑剤を得た。

比較例 2

比較のためM P Gの代りにB G 173部を用いる他は実施例2と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

実施例 3

アジピン酸219部及びM P G 180部を反応容器に入れ窒素ガス気流中攪拌下加熱し生成する水を連続的に除去しながら7時間を要して180℃まで昇温し、末端停止剤及び反応触媒を使用せずに酸価が10以下になるまでその温度に保った。次いでその温度で減圧し酸価を低下させた後0.5 mmHgまで減圧し過剰アルコール分及び低沸点成分を除去してポリエステル系可塑剤を得た。

比較例 3

で酸価約1 mmHgに減圧しトルエン、過剰のアルコール分及び低沸点成分を除去した後、200℃に冷却して冷却しポリエステル系可塑剤を得た。

比較例 1-1

比較のためM P Gの代りに1,2-プロピレングリコール(以下P Gと略称する)を74部用いる他は実施例1と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

比較例 1-2

比較のためM P Gの代りに1,3-ブチレングリコール(以下B Gと略称する)を87部用いる他は実施例1と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

実施例 2

アジピン酸248部、M P G 173部、ラウリン酸88部及び反応触媒として塩化亜鉛0.8部を反応容器に入れ窒素ガス気流中攪拌下加熱し生成水を連続的に除去しながら180℃まで昇温し十分酸価が下がる

比較のためM P Gの代りにB Gを180部用いる他は実施例3と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

実施例 4

アジピン酸270部、M P G 78部、B G 78部及び反応触媒としてチトライソブチルチオエート0.4部を反応容器に入れ窒素ガス気流中攪拌下加熱し生成する水を連続的に除去しながら6時間を要して180℃まで昇温した。次いで約10 mmHgに減圧し加熱を続けて酸価を十分に下げた。常圧にちどし2-エチルヘキサノール40部、トルエン30部を加え、以下実施例1と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

比較例 4

比較のためグリコール成分としてB G 155部を用いる他は実施例4と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

実施例 5

セバシン酸308部、M P G 131部

び反応容器としてオートクレーブを用い、0.5gの反応物を反応容器に入れ、窒素ガス流中で攪拌下加熱し生成する水を連続的に除去しながら6時間を要して180℃まで昇温した。次いで約10 mmHgに減圧し加熱を続けて残量を十分に下げた。減圧にもとし2-エチルヘキサノール5.5部、トルエン4.5部を加え以下実施例1と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

比較例 5

比較のためMPGの代わりにBGを131部用いる場合は実施例4と同様にしてポリエステル系可塑剤を得た。

以上の実施例、比較例で得たポリエステル系可塑剤の粘度、酸価、ヒドロキシル価を下記のようにして測定し、その結果を第一表に示した。
 粘度：B型粘度計を用い25℃で測定した。
 酸価、ヒドロキシル価：JIS-0070に準じて測定した。

試験例

実施例および比較例で得たポリエステル系可塑剤50部、ポリ塩化ビニル100部、メチアクリン酸メドメツル1部、メチアクリン酸バリウム1部を混練機を用いて160℃で10分間混練しコンパウンドを作成した。次いで、このコンパウンドを160℃5分間でプレス成型し厚さ1mmのシートを作成した。これらのシートについて下記の物性試験を行い、その結果を第一表に示した。

- ①引張試験：JIS-K6723に準じて行った。100形モジュラスが小さい可塑化剤が優れる。
- ②耐曲性試験：JIS-K6723に準じて行い、JIS-K6901に規定された試験用紙を使用した。引張強さの繰返し、また伸びの繰返しの大きい可塑化剤に優れる。
- ③低温柔軟性試験：ASTM-D-1063-51に準じて行った。温度が低い低温柔軟性に優れる。

これらの結果から明らかなように、本発明によるポリエステル系可塑剤は耐久性に優れ、しかも可塑化効率、低温柔軟性に優れている。

ポリエステル系可塑剤の種類	シートの物性試験結果					
	粘度 (CPS 25℃)	酸価	ヒドロキシル価	引張試験		低温柔軟性 試験(℃)
				伸び (%)	引張強さ (MPa)	
実施例1	2800	0.64	45	216	103	98
比較例1-1	2850	0.78	55	227	110	92
比較例1-2	2700	0.81	53	223	112	89
実施例2	3200	0.79	51	228	101	99
比較例2	3050	0.62	73	233	106	95
実施例3	2800	1.04	212	241	104	98
比較例3	2500	1.12	235	254	100	92
実施例4	3100	0.36	72	242	105	97
比較例4	3100	0.48	84	240	108	94
実施例5	2550	0.42	82	223	105	98
比較例5	2600	0.51	98	237	113	88

特許出願人 ダイセル化学工業株式会社